(19) Weltorganisation für geistiges Eigentum Internationales Büro



# - 18000 CELERI 8 COM REGULO DO 19 CO COM REDI DE 1800 CELER EN ENTRE DE 1800 CELER D

(43) Internationales Veröffentlichungsdatum 15. November 2001 (15.11.2001)

#### PCT

# (10) Internationale Veröffentlichungsnummer WO 01/85855 A1

(51) Internationale Patentklassifikation7: C09D 7/12 // C08L 91/06

(21) Internationales Aktenzeichen: PCT/EP01/04778

(22) Internationales Anmeldedatum:

27. April 2001 (27.04.2001)

(25) Einreichungssprache:

Deutsch

(26) Veröffentlichungssprache:

Deutsch

(30) Angaben zur Priorität:

100 23 441.0 12. Mai 2000 (12.05.2000) DE 100 63 422.2 20. Dezember 2000 (20.12.2000) DE

(71) Anmelder (für alle Bestimmungsstaaten mit Ausnahme von US): CLARIANT GMBH [DE/DE]; Brüningstrasse 50, 65929 Frankfurt am Main (DE).

(72) Erfinder; und

(75) Erfinder/Anmelder (nur für US): KRENDLINGER,

Ernst [DE/DE]; Ulrichstrasse 63, 86316 Friedberg (DE). HEINRICHS, Franz-Leo [DE/DE]; Am Arenberg 20, 86456 Gablingen (DE). NOWICKI, Dieter [DE/DE]; Leipziger Strasse 23, 86368 Gersthofen (DE).

(81) Bestimmungsstaaten (national): CN, JP, US.

(84) Bestimmungsstaaten (regional): europäisches Patent (AT, BE, CH, CY, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE, TR).

#### Veröffentlicht:

- mit internationalem Recherchenbericht
- vor Ablauf der f\(\tilde{\text{u}}\)r \(\tilde{A}\)nderungen der Anspr\(\tilde{a}\)che geltenden
  Frist; Ver\(\tilde{G}\)flentlichung wird wiederholt, falls \(\tilde{A}\)nderungen
  eintreffen

Zur Erklärung der Zweibuchstaben-Codes und der anderen Abkürzungen wird auf die Erklärungen ("Guidance Notes on Codes and Abbreviations") am Anfang jeder regulären Ausgabe der PCT-Gazette verwiesen.

(54) Title: USE OF WAX MIXTURES FOR COATINGS

(54) Bezeichnung: VERWENDUNG VON WACHSMISCHUNGEN FÜR LACKE

(57) Abstract: The invention relates to the use of mixtures of waxes containing a) a homo- or copolymer of  $C_2$ - $C_{18}$ - $\alpha$ -olefins produced by means of metallocene catalysis and auxiliary materials, as well as one or more other waxes chosen from the following group: b) PE waxes, c) PTFE waxes, d) PP waxes, e) amide waxes, f) FT paraffins, g) montan waxes, h) natural waxes, i) macro- and microcrystalline paraffins, j) polar polyolefin waxes or k) sorbitan esters; for improving the properties of coatings.

(57) Zusammenfassung: Gegenstand der Erfindung ist die Verwendung von Mischungen von Wachsen, welche a) ein mittels Metallocenkatalyse hergestelltes Homo- oder Copolymerisat von C<sub>2</sub>-C<sub>18</sub>-α-Olefinen, sowie als Hilfsstoffe ein oder mehrere andere Wachse ausgewählt aus der Gruppe bestehend aus b) PE-Wachsen, c) PTFE-Wachsen, d) PP-Wachsen, e) Amidwachsen, f) FT-Paraffinen, g) Montanwachsen, h) natürliche Wachsen, i) makro- und mikrokristallinen Paraffinen, j) polare Polyolefinwachse, oder k) Sorbitanestern enthalten, zur Verbesserung der Eigenschaften von Lacken.



Verwendung von Wachsmischungen für Lacke

Die vorliegende Erfindung betrifft die Verwendung von Metallocenwachsen, deren Oxidaten und deren Abmischungen mit weiteren Wachsen, sowie der entsprechenden Micronisate für Lacke.

Bei der Herstellung von Lacken werden Wachse im allgemeinen in einer

Konzentration von 0,01-10% zugeben. Es handelt sich dabei um PE-Wachse,
PTFE-Wachse, PP-Wachse, Amidwachse, FT-Paraffine, Montanwachse,
natürliche Wachse, makro- und mikrokristalline Paraffine, Polyethylencopolymere,
Sorbitanester und Metallocenwachse, sowie deren Abmischungen, wie in
EP-A-0 890 619 offenbart. Die Abmischungen können in unterschiedlichen

Kombinationen, sowohl als Pulver- wie auch als Schmelzmischungen vorliegen.

Diese Wachse werden als Schuppen, Granulate, Pulver, Dispersionen, Emulsionen oder als Mikronisate zugegeben, wobei die bevorzugte Einsatzform als fein mikronisiertes Pulver mit Korngrößen bis 4  $\mu$ m in DV<sub>50</sub>-Wert angesehen werden kann. (DV<sub>50</sub>-Wert: 50% der Wachspartikel sind kleiner oder gleich 4  $\mu$ m). Diese Wachse werden eingesetzt, um folgende Wirkungen bei den Lacken zu erzielen:

- bessere Kratzfestigkeit
- 25 besser Abriebfestigkeit

20

- bessere Dispergierung von Pigmenten
- bessere Pigmentstabilität
- Verbesserung des Absetzneigung
- Verbesserung der Redispergierung von Pigmenten
- 30 Orientierungswirkstoff bei Effektpigmenten
  - eine gute Mattierung
  - einen guten Griff
  - Verbesserung des Gleitverhaltens

- Verbesserung des Metallmarkings
- gute Einarbeitung von Effektpigmenten zu erreichen
- Beeinflussung der rheologischen Eigenschaften
- bessere Blockfestigkeit
- 5 bessere Schleifbarkeit

- Entgasungsadditiv bei Pulverlacke
- Additiv zur Durchsatzerhöhung in Pulverlacken.

Diese Wachsadditive können in allen Lacksystemen verwendet werden (z.B. low solids, medium solids, high solids, lösemittelbasierende Lacke, wässrige oder wasserverdünnbare Lacke, Pulverlacke, physikalisch trocknende Beschichtungssysteme, chemisch härtende Beschichtungsstoffe, sowie strahlenhärtende Beschichtungsstoffe, wie z.B. UV-Lacke).

Da reine Polyethylenwachse und Metallocenwachse nicht in allen Lacksystemen, besonders nicht in wässrigen Systemen, verwendet werden können, werden auch Wachsoxidate eingesetzt.

Da die einzelnen Wachsarten unterschiedliche Wirkungen in den Lacken zeigen,
werden bevorzugt Wachsmischungen zwischen PE-Wachsen, PTFE-Wachsen,
PP-Wachsen, Amidwachsen, FT-Paraffinen, Montanwachsen, natürliche
Wachsen, makro- und mikrokristallinen Paraffinen, Polyethylencopolymeren,
Sorbitanestern und Metallocenwachsen eingesetzt, um die oben genannten
Wirkungen miteinander zu kombinieren und entsprechende Verbesserungen bei
Lacken zu erzielen.

Der Erfindung lag die Aufgabe zugrunde, solche Wachsmischungen für die Verwendung in Lacken zu finden, die besonders viele der oben angeführten Wirkungen zeigen. Überraschenderweise zeigten die Mischungen mit Metallocenwachsen die auffälligsten Verbesserungen. Besonders ist bei diesen Mischungen die Mahlbarkeit für die Herstellung von Wachsmikronisaten verbessert, d.h. die Ausbeuten sind erhöht.

Ein weiterer Vorteil der Verwendung von der Wachsen welche nach dem Metallocenverfahren hergestellt wurden, ist deren leichtere Mahlbarkeit, weshalb hier weniger Hilfsstoffe verbraucht werden als bei Wachsmischungen mit Wachsen, welche beispielsweise mit dem Ziegler-Natta-Verfahren hergestellt wurden.

Gegenstand der Erfindung ist die Verwendung von Mischungen von Wachsen, welche

10 a) ein mittels Metallocenkatalyse hergestelltes Homo- oder Copolymerisat von C<sub>2</sub>-C<sub>18</sub>-a-Olefinen, sowie Abbauwachse hergestellt aus mittels Metallocenkatalyse produzierten Polyolefinen höherer Kettenlänge,

sowie als Hilfsstoffe ein oder mehrere andere Wachse ausgewählt aus der

Gruppe bestehend aus

- b) PE-Wachsen,
- c) PTFE-Wachsen,
- d) PP-Wachsen,
- 20 e) Amidwachsen,
  - f) FT-Paraffinen,
  - g) Montanwachsen,
  - h) natürliche Wachsen,
  - i) makro- und mikrokristallinen Paraffinen,
- 25 j) polare Polyolefinwachse, oder
  - k) Sorbitanestern,
  - I) Polyamide,
  - m) Polyolefine,
  - n) PTFE,
- 30 o) Netzmittel,
  - p) Silikate

enthalten, zur Verbesserung der Eigenschaften von Lacken.

WO 01/85855

Ein weiterer Gegenstand der Erfindung sind Lacke, welche die beschriebenen Wachsmischungen enthalten.

Das mittels Metallocenkatalyse hergestellte Homo- oder Copolymerisat von C<sub>2</sub>-C<sub>18</sub>-a-Olefinen (a) hat vorzugsweise folgende Eigenschaften: 5

80 - 165°C Tropfpunkt (Tp):

0 - 50 mg KOH/g Säurezahl (SZ):

Dichte: 0,87 - 1,03 g/cm<sup>3</sup>

10 Viskosität der Schmelze bei 170°C: 10 - 100000 mPas.

Als Polyolefinwachse kommen Homopolymerisate des Ethylens oder Propylens oder Copolymerisate des Ethylens oder Propylens untereinander, oder mit einem oder mehreren 1-Olefinen in Frage. Als 1-Olefine werden lineare oder verzweigte 15 Olefine mit 4-18 C-Atomen, vorzugsweise 4-6 C-Atomen, eingesetzt. Diese Olefine können eine mit der olefinischen Doppelbindung in Konjugation stehende aromatische Substitution aufweisen. Beispiele hierfür sind 1-Buten, 1-Hexen, 1-Octen oder 1-Octadecen, sowie Styrol. Bevorzugt sind Copolymere des Ethylens mit Propen oder 1-Buten. Solche ethylenhaltigen Copolymere bestehen 20 zu 70-99,9, bevorzugt zu 80-99 Gew.-% aus Ethylen.

Besonders gut geeignet sind Polyolefinwachse mit einem Tropfpunkt zwischen 90 und 160°C, bevorzugt zwischen 100 und 155°C, einer Schmelzviskosität bei 140°C zwischen 10 und 10000 mPas, bevorzugt zwischen 50 und 5000 mPas und einer Dichte bei 20°C zwischen 0,89 und 0,96 g/cm<sup>3</sup>, bevorzugt zwischen 0,91 und 0,94 g/cm<sup>3</sup>.

25

Geeignet sind weiterhin durch Oxidation modifizierte Metallocenwachse, wie sie beispielsweise durch Behandlung der Wachsschmelze mit Luft gemäß EP-A-0 896 591 erhalten werden können. Die Offenbarung dieses Dokuments 30 bezüglich der oxidativen Behandlung von Wachsschmelzen wird hiermit in vorliegende Anmeldung einbezogen.

Metallocenkatalysatoren zur Herstellung der Polyolefinwachse sind chirale oder nichtchirale Übergangsmetallverbindungen der Formel M<sup>1</sup>L<sub>x</sub>. Die Übergangsmetallverbindung M¹Lx enthält mindestens ein Metallzentralatom M¹, an das mindestens ein  $\pi$ -Ligand, z.B. ein Cyclopentadienylligand gebunden ist. Darüber hinaus können Substituenten, wie z.B. Halogen-, Alkyl-, Alkoxy- oder 5 Arvlgruppen an das Metallzentralatom M<sup>1</sup> gebunden sein. M<sup>1</sup> ist bevorzugt ein Element der III., IV., V. oder VI. Hauptgruppe des Periodensystems der Elemente, wie Ti. Zr oder Hf. Unter Cyclopentadienylligand sind unsubstituierte Cyclopentadienylreste und substituierte Cyclopentadienylreste wie Methylcyclopentadienyl-, Indenyl-, 2-Methylindenyl-, 2-Methyl-4-phenylindenyl-, 10 Tetrahydroindenyl- oder Octahydrofluorenylreste zu verstehen. Die  $\pi$ -Liganden können verbrückt oder unverbrückt sein, wobei einfache und mehrfache. Verbrückungen - auch über Ringsysteme - möglich sind. Die Bezeichnung Metallocen umfasst auch Verbindungen mit mehr als einem Metallocenfragment, sogenannte mehrkernige Metallocene. Diese können beliebige 15 Substitutionsmuster und Verbrückungsvarianten aufweisen. Die einzelnen Metallocenfragmente solcher mehrkemigen Metallocene können sowohl gleichartig als auch voneinander verschieden sein. Beispiele für solche mehrkemigen Metallocene sind z.B. beschrieben in EP-A-0 632 063. Beispiele für allgemeine Strukturformeln von Metallocenen sowie für deren Aktivierung mit 20 einem Cokatalysator sind u.a. in EP-A-0 571 882 gegeben. Die Offenbarungen dieser Gegenstände in den beiden Dokumente wird hiermit einbezogen.

Bei Zusatzstoff b) handelt es sich in bevorzugten Ausführungsformen um
25 Polyethylen-Homo- und Copolymerwachse, die nicht mittels Metallocenkatalyse hergestellt wurden, und die ein zahlenmittleres Molekulargewicht von 700 bis 10.000 g/mol bei einem Tropfpunkt zwischen 80 und 140 °C aufweisen.

Bei Zusatzstoff c) handelt es sich in bevorzugten Ausführungsformen um Polytetrafluoroethylen mit einem Molekulargewicht zwischen 30.000 und 2.000.000 g/mol, insbesondere zwischen 100.000 und 1.000.000 g/mol.

Bei Zusatzstoff d) handelt es sich in bevorzugten Ausführungsformen um Polypropylen-Homo- und Copolymerwachse, die nicht mittels Metallocenkatalyse hergestellt wurden, und die ein zahlenmittleres Molekulargewicht von 700 bis 10.000 g/mol bei einem Tropfpunkt zwischen 80 und 160°C aufweisen.

5

Bei Zusatzstoff e) handelt es sich in bevorzugten Ausführungsformen um Amidwachse, herstellbar durch Umsetzung von Ammoniak oder Ethylendiamin mit gesättigten und/oder ungesättigten Fettsäuren. Bei den Fettsäuren handelt es sich zum Beispiel um Stearinsäure, Talgfettsäure, Palmitinsäure oder Erucasäure.

10

Bei Zusatzstoff f) handelt es sich in bevorzugten Ausführungsformen um FT-Paraffine mit einem zahlenmittleren Molekulargewicht von 400 bis 800 g/mol bei einem Tropfpunkt von 80 bis 125°C.

15

Bei Zusatzstoff g) handelt es sich vorzugsweise um Montanwachse einschließlich Säure- und Esterwachsen mit einer Kohlenstoffkettenlänge der Carbonsäure von C22 bis C36.

20

Bei den Esterwachsen handelt es sich vorzugsweise um Umsetzungsprodukte der Montansäuren mit ein oder mehrwertigen Alkoholen mit 2 bis 6 C-Atomen, wie zum Beispiel Ethandiol, Butan-1,3-diol oder Propan-1,2,3-triol.

Bei Zusatzstoff h) handelt es sich in einer bevorzugten Ausführungsform um Carnaubawachs oder Candelillawachs.

25

Bei Zusatzstoff i) handelt es sich um Paraffine und mikrokristalline Wachse, welche bei der Erdölraffination anfallen. Die Tropfpunkte solcher Paraffine liegen vorzugsweise zwischen 45 und 65°C, die solcher mikrokristallinen Wachse vorzugsweise zwischen 73 und 100°C.

30

Bei Zusatzstoff i) handelt es sich in bevorzugten Ausführungsformen um polare Polyolefinwachse, herstellbar durch Oxidation von Ethylen- oder Propylen-Homopolymer- und -Copolymerwachsen oder deren Pfropfung mit

Maleinsäureanhydrid. Besonders bevorzugt wird hierfür von Polyolefinwachse mit einem Tropfpunkt zwischen 90 und 165°C, insbesondere zwischen 100 und 160°C, einer Schmelzviskosität bei 140°C (Polyethylenwachse) bzw. bei 170°C (Polypropylenwachse) zwischen 10 und 10000 mPas, insbesondere zwischen 50 und 5000 mPas und einer Dichte bei 20°C zwischen 0,85 und 0,96 g/cm3 ausgegangen.

5

10

15

20

Bei Zusatzstoff k) handelt es sich in bevorzugten Ausführungsformen um Umsetzungsprodukte von Sorbit (Sorbitol) mit gesättigten und/oder ungesättigten Fettsäuren und/oder Montansäuren. Bei den Fettsäuren handelt es sich zum Beispiel um Stearinsäure, Talgfettsäure, Palmitinsäure oder Erucasäure.

Bei Zusatzstoff I) handelt es sich um vorzugsweise gemahlene Polyamide, beispielsweise Polyamid-6, Polyamid-6,6 oder Polyamid-12. Die Partikelgröße der Polyamide liegt vorzugsweise im Bereich von 5-200  $\mu m$ , insbesondere 10-100  $\mu m$ .

Bei Zusatzstoff m) handelt es sich um Polyolefine, also beispielsweise Polypropylen, Polyethylen oder Copolymere aus Propylen und Ethylen hoher oder niedriger Dichte mit Molgewichten von vorzugsweise 10.000 bis 1.000.000 D, insbesondere 15.000 bis 500.000 D als Zahlenmittel für das Molekulargewicht, deren Partikelgröße durch Mahlung im Bereich von vorzugsweise 5-200 µm, insbesondere 10-100 µm liegt.

Bei Zusatzstoff n) handelt es sich um thermoplastisches PTFE mit einem Molgewicht von vorzugsweise 500.000 - 10.000.000 D, insbesondere 500.000 -25 2.000.000 D als Zahlenmittel, dessen Partikelgröße durch Mahlung im Bereich von vorzugsweise 5-200 µm, insbesondere 10-100 µm liegt.

Bei Zusatzstoff o) handelt es sich um amphiphile Verbindungen, welche im Allgemeinen die Oberflächenspannung von Flüssigkeiten senken. Bei den 30 Netzmitteln handelt es sich zum Beispiel um Alkylethoxylate, Fettalkoholethoxylate, Alkylbenzolsulfonate oder Betaine.

8,

Bei Zusatzstoff p) handelt es sich um Silikate, welche nicht als Füllstoff oder Pigment in den Rezepturen eingesetzt werden. Bevorzugt werden Kieselsäuren oder Talkum eingesetzt.

- Das Mischungsverhältnis von Bestandteil a) zu den Bestandteilen b) bis p) kann 5 im Bereich von 1 bis 99 Gew.-% a) zu 1 bis 99 Gew.-% b) bis p) variiert werden. Wird eine Mischung aus mehreren der Bestandteile b) bis p) verwendet, so gilt die Mengenangabe für die Summe aus den Mengen dieser Bestandteile.
- In einer bevorzugten Ausführungsform werden die Wachse in mikronisierter Form 10 für den erfindungsgemäßen Zweck verwendet. Insbesondere bevorzugt ist die Verwendung von Polyolefinwachs und gegebenenfalls zugemischten Hilfs- und Zusatzstoffen als Ultra-Feinstpulver mit einer Partikelgrößenverteilung  $d_{90} < 40 \mu m$ .

15

20

Verbessert wird u.a. die Mattierung der Lacke, die Dispergierbarkeit und Stabilität (Absetz- oder Aufrahmneigung) in Lacken und Dispersionen, eine Verbesserung der Gleitreibung (Slip), Härte und Abriebfestigkeit, Erhöhung des Durchsatzes und Verbesserung der Pigmentdispergierung in Pulverlacken, besseres Antiblocking und Griffempfinden (Softfeeling). Bei den Wachsmischungen handelt es sich im allgemeinen um Pulver- bzw. Schmelzmischungen.

#### Beispiele

#### Charakterisierung der Bestandteile der verwendeten Tabelle 1: 25 Wachsmischungen

Wachsart	Säurezahl	Tropfpunkt	Viskosität
Metallocen-PE-Wachs	0 mg KOH/g	124°C	250 mPas (140°C)
Metallocen-PP-Wachs	0 mg KOH/g	135°C	40 mPas (170°C)
oxidiertes Metallocen-PE-Wachs	20 mg KOH/g	114°C	200 mPas (120°C)
PE-Wachs	0 mg KOH/g	125°C	300 mPas (140°C)
PP-Wachs	0 mg KOH/g	160°C*	1500 mPas (170°C)

Wachsart	Säurezahl	Tropfpunkt	Viskosität
oxidiertes PE-Wachs	20 mg KOH/g	114°C	200 mPas (120°C)
Amidwachs	6 mg KOH/g	140°C	10 mPas (150°C)
Montanwachs 1	17 mg KOH/g	82°C	30 mPas (100°C)
Montanwachs 2	14 mg KOH/g	100°C	300 mPas (120°C)
Camaubawachs	9 mg KOH/g	82°C	30 mPas (90°C)
FT-Paraffin	0 mg KOH/g	110°C	20 mPas (120°C)

<sup>\*</sup> Erweichungspunkt

Tabelle 2: Wachsmischungen (alle Mischungen auf  $DV_{50} = 8 \mu m$  mikronisiert)

Kurzbe-	Bestandteil 1	Bestandteil 2	Bestandteil 3	Mischungs-
zeichnung			•	verhältnis
M1	oxidiertes Metallocen-	Carnaubawachs		1:1
	PE-Wachs			
M2	Metallocen-PE-Wachs	oxidiertes Metallocen-		7:3
		PE-Wachs		·
M3	Metallocen-PE-Wachs	Amidwachs		1:1
M4	Metallocen-PE-Wachs	PTFE-Wachs	_	9:1
M5.	Metallocen-PE-Wachs	oxidiertes Metallocen-	PTFE-Wachs	12:7:1
		PE-Wachs		
M6	Metallocen-PP-Wachs	Amidwachs		1:1
M7	Metallocen-PP-Wachs	Amidwachs		5:1
M8	Metallocen-PP-Wachs	Metallocen-PE-Wachs		1:1
M9	Metallocen-PP-Wachs	oxidiertes Metallocen- PE-Wachs		1:1
M10	oxidiertes Metallocen- PE-Wachs	Montanwachs 1	Montanwachs 2	2:1:1
M11	Metallocen-PE-Wachs	oxidiertes Metallocen- PE-Wachs	Sorbitan- tristearat	1:1:1
M12	Metallocen-PE-Wachs	FT-Paraffin		5:1
V1	oxidiertes PE-Wachs	Carnaubawachs		1:1
V2	PE-Wachs	oxidiertes PE-Wachs		7:3

Kurzbe- zeichnung	Bestandteil 1	Bestandteil 2	Bestandteil 3	Mischungs- verhältnis
V3	PE-Wachs	Amidwachs		1:1
V4	PE-Wachs	PTFE-Wachs	_	9:1
V5	PE-Wachs	oxidiertes PE-Wachs	PTFE-Wachs	12:7:1
V6	PP-Wachs	Amidwachs		1:1
V7	PP-Wachs .	Amidwachs	· -	5:1
V8	PP-Wachs	PE-Wachs	_	1:1
V9	PP-Wachs	oxidiertes PE-Wachs		1:1
V10	oxidiertes PE-Wachs	Montanwachs 1	Montanwachs 2	2:1:1
V11	PE-Wachs	oxidiertes PE-Wachs	Sorbitan- tristearat	1:1:1
V12	PE-Wachs	FT-Paraffin	_	5:1

Herstellung einer wässrigen Wachsdispersion aus einem Mikropulver:

1 Gew.-% Tylose® wird in 60 Gew.-% Wasser eingerührt und kurz quellen

5 gelassen, danach wird 39 Gew.-% mikronisiertes, oxidiertes Wachs in die

Tyloselösung eindispergiert.

Tabelle 3: Dispergierung/Stabilität von Wachsmischungen

	Wachs	Dispergierung / Stabilität
Beispiel 1	M1	gut / sehr gut
Beispiel 2	M2	gut / sehr gut
Beispiel 3	M9	gut / sehr gut
Beispiel 4	M10	sehr gut / sehr gut
Beispiel 5	V1	gut / sehr gut
Beispiel 6	V2	gut / sehr gut
Beispiel 7	V9	mäßig / mäßig
Beispiel 8	V10	gut / sehr gut

Einarbeiten einer wässrigen Wachsdispersion in einen wässrigen Acryllack: 4 Gew.-% der unter Beispiel 2 genannten Wachsdispersion wird in 96 Gew.-% wässrigen Acryllack (Basis Mowilith® LDM 7460) eingerührt und anschließend mit einem Rahmenrakel (60 µm Nassfilmstärke) auf eine Glasplatte aufgezogen.

5 Nach dem Trocknen wird der Glanz bestimmt.

Tabelle 4: Glanz der Wachsmischungen

	Dispersion aus	Basiswachs	Glanz (60° Winkel)
Acryllack	ohne Wachs		120
Beispiel 9	Beispiel 1	M1	22
Beispiel 10	Beispiel 2	M2	25
Beispiel 11	Beispiel 3	M9	25
Beispiel 12	Beispiel 4	M10	20
Beispiel 13	Beispiel 5	V1	30
Beispiel 14	Beispiel 6	V2	30
Beispiel 15	Beispiel 7	V9	28
Beispiel 16	Beispiel 8	V10	25

10 Einarbeiten von mikronisierten Wachsen in einen Nitrocellulose-Standard-Lack zwecks Mattierung und Gleitreibung:

2 Gew.-% mikronisiertes Wachs werden in 98 Gew.-% NC-Lack mit Hilfe eines Dissolvers eindispergiert und anschließend mit einem Rahmenrakel (60 µm Nassfilmstärke) auf eine Glasplatte aufgezogen. Nach dem Trocknen wird der Glanz bestimmt.

Tabelle 5: Glanz und Gleitreibung der Wachsmischungen

	Wachs	Glanz (60° Winkel)	Gleitreibung
Nitrocelluloselack	ohne Wachs	138	0,42
Beispiel 17	МЗ	-	0,17
Beispiel 18	M4	45	0,12

	Wachs	Glanz (60° Winkel)	Gleitreibung
Beispiel 19	M5	-	0,09
Beispiel 20	M6	25	0,10
Beispiel 21	M7	25	•
Beispiel 22	M8	30	0,25
Beispiel 23	M9	41	0,25
Beispiel 24	M10	30	0,15
Beispiel 25	V3	27	0,22
Beispiel 26	V4	. 50	0,15
Beispiel 27	V5	45	0,15
Beispiel 28	V6	30	0,17
Beispiel 29	· V7	30	0,30
Beispiel 30	V8	40	0,30
Beispiel 31	V9	50	0,28
Beispiel 32	V10	35	0,22

Einarbeiten in einen weißen Hybrid-Pulverlack zwecks Verbesserung der Bleistifthärte und Abriebfestigkeit:

Die Wachse werden mit den einzelnen Rohstoffen in einem Schnellmischer mit

5 einander gemischt, anschließend wird die Rohstoffe auf einen LaborDoppelschneckenextruder (PC19-25 von APV) bei 110°C extrudiert, gemahlen auf

< 125 µm und auf Alu bzw. Stahlblech aufgetragen. nach dem Einbrennen

(15 min. bei 180°C) werden die beschichteten Bleche 24 Stunden im Klimaraum

gelagert, danach die Bleistifthärte (nach Wolff-Wilborn) bestimmt und der

10 Abriebtest am Taber Abraser bestimmt.

Tabelle 6: Bleistifthärte und Abriebtest

Wachs, je 1% au		Bleistifthärte nach	Abriebtest nach
	Gesamtrezeptur	Wolff-Wilborn	250 Umdrehungen
Hybrid-Pulverlack	ohne Wachs	2B	52 mg
Beispiel 33	M2	НВ	48 mg

13		

	Wachs, je 1% auf	Bleistifthärte nach	Abriebtest nach
	Gesamtrezeptur	Wolff-Wilborn	250 Umdrehungen
Beispiel 34	M3	F	35 mg
Beispiel 35	M4	F	25 mg
Beispiel 36	M6	F	20 mg
Beispiel 37	M7	Н	15 mg
Beispiel 38	M10	НВ	25 mg
Beispiel 39	V2	В	50 mg
Beispiel 40	V3	HB	41 mg
Beispiel 41	V4	НВ	42 mg
Beispiel 42	V6	В	46 mg
Beispiel 43	V7	В	38 mg
Beispiel 44	V10	НВ	40 mg

Einarbeiten in einen blauen Hybrid-Pulverlack zwecks Verbesserung der Dispergierung und Durchsatzverbesserung:

Die Wachse werden mit den einzelnen Rohstoffen in einem Schnellmischer

5 miteinander gemischt, anschließend wird die Rohstoffe auf einen LaborDoppelschneckenextruder (PC19-25 von APV) bei 110°C extrudiert, dabei muss
die Dosiermenge auf eine Leistungsaufnahme von 70% am Extruder eingestellt
werden, hierbei wird der Durchsatz erfasst, gemahlen auf < 125 µm und auf Alu
bzw. Stahlblech aufgetragen. nach dem Einbrennen (15 min. bei 180°C) werden
die beschichteten Bleche 24 Stunden im Klimaraum gelagert, danach die
Farbtiefe gemessen.

Tabelle 7: Farbtiefe

	Wachs je 1% auf	Durchsatzver-	Farbtiefe
	Gesamtrezeptur	besserung in %	
Hybrid-Pulverlack	ohne Wachs	-	100%
Beispiel 45	M1	18%	110%
Beispiel 46	M2	20%	105%

·	Wachs je 1% auf	Durchsatzver-	Farbtiefe
	Gesamtrezeptur	besserung in %	
Beispiel 47	M3	15%	107%
Beispiel 48	M6	30%	105%
Beispiel 49	M8	25%	107%
Beispiel 50	M10	50%	120%
Beispiel 51	V1	13%	107%
Beispiel 52	V2	15%	100%
Beispiel 53	V3	10%	102%
Beispiel 54	V6	10%	100%
Beispiel 55	V8	15%	105%
Beispiel 56	V10	45%	112%

Einarbeitung in einen Alkydharzlack zwecks Beurteilung der Blockeigenschaften und des Griffeindrucks:

2 Gew.-% mikronisiertes Wachs wird in den Alkydharzlack mit Hilfe eines
 5 Dissolvers eingearbeitet, danach wird mit Hilfe eines Rahmenrakels (60 μm Nassfilmstärke) der Lack auf Glas (mind. jeweils 2 Platten) aufgetragen. Nach dem 24 Std. Lagerung im Klimaraum wird der Griff beurteilt (subjektiv), anschließend werden die Platten im Wärmeschrank bei 50°C 24 Stunden gelagert. Dabei werden die Platten mit der Beschichtung aufeinander gelegt und
 10 mit einem 500 g Gewicht belastet. Anschließend wird das Blockverhalten beurteilt.

Tabelle 8: Beurteilung des Blockverhaltens

Beurteilungs- schema	Blockfestigkeit
nichts	kein Blocken
Spur	ganz leichtes Blocken bemerkbar
wenig	beim Anheben des oberen Brettchen geht das untere mit, trennt sich aber selbst nach wenigen Sekunden
etwas	beim Anheben des oberen Brettchens geht das untere mit, muss aber von Hand ohne spürbaren Kraftaufwand getrennt werden.

Beurteilungs- schema	Blockfestigkeit
merklich	beim Anheben des oberen Brettchens geht das untere mit, muss aber
i i	mit etwas Kraftaufwand getrennt werden.
wesentlich	die Platten müssen mit erheblichen Kraftaufwand getrennt werden.

Tabelle 9: Griffverhalten der Wachsmischungen

	Wachs	Griff (subjektiv)	Blockverhalten	
Alkydharzlack	ohne Wachs	Plastikartig, leicht klebrig	wesentlich	
Beispiel 57	МЗ	guter Griff, kein kleben	Spur	
Beispiel 58	M4	guter Griff, sehr glatt	nichts	
Beispiel 59	M6 .	guter Griff, glatt	Spur	
Beispiel 60	M10	weich, angenehm, etwas glatt	wenig	
Beispiel 61	V3	guter Griff, ganz leichtes kleben	wenig	
Beispiel 62	V4	guter Griff, glatt	wenig	
Beispiel 63	V6	leicht klebrig	etwas	
Beispiel 64	V10	angenehm	wenig	

5 Einarbeiten in einen 2K-PUR-Lack, auftragen auf Holzbrettchen und Beurteilung der Schleifbarkeit:

2 bzw. 4 Gew.-% mikronisiertes Wachs in die 1 Komponente eines 2K-Polyurethanlacksystem eindispergieren, danach mit der 2. Komponente versetzten und mittels eines Pinsels auf ein Holzbrettchen im Kreuzgang
10 auftragen. Danach 24 Stunden im Klimaraum trocknen lassen. Anschließend Schleiftest durchführen, dabei wird ein Bogen Schleifpapier (240 Körnung) auf einen Holzklotz gespannt, ohne Druck 20 x über das Holzbrettchen geführte und danach der Abrieb beurteilt. Je weniger das Schleifpapier belegt ist, desto besser ist die Schleifbarkeit.

15

Tabelle 10: Schleifbarkeit additivierten Lacks

	Wachs	Schleifbarkeit	
2K-PUR-Lack	ohne Wachs	sehr schlecht, bereits nach 10 Hub ist das	
		Schleifpapier zugesetzt	
Beispiel 65	M1	mäßig, Schleifpapier fast zugesetzt	
Beispiel 66	M3	sehr gut, nach 20 Hub kein Zusetzten zu	
		beobachten	
Beispiel 67	M6	sehr gut, nach 20 Hub kein Zusetzten zu	
`		beobachten	
Beispiel 68	M7	gut, leichtes zusetzten des Schleifpapiers	
Beispiel 69	M10	gut, leichtes zusetzten des Schleifpapiers	
Beispiel 70	V1	schlecht, nach 20 Hub ist das Schleifpapier	
		zugesetzt	
Beispiel 71	V3	gut, leichtes zusetzten des Schleifpapiers	
Beispiel 72	V6	gut, leichtes zusetzten des Schleifpapiers	
Beispiel 73	V7	schlecht, nach 20 Hub ist das Schleifpapier	
		zugesetzt	
Beispiel 74	V10	schlecht, nach 20 Hub ist das Schleifpapier	
L		zugesetzt	

WO 01/85855 PCT/EP01/04778

·17

#### Patentansprüche

- Verwendung von Mischungen von Wachsen, welche 1.
- ein mittels Metallocenkatalyse hergestelltes Homo- oder Copolymerisat von 5 a)  $C_2\text{--}C_{18}\text{--}\alpha\text{--}Olefinen$ , sowie Abbauwachse hergestellt aus mittels Metallocenkatalyse produzierten Polyolefinen höherer Kettenlänge,

sowie als Hilfsstoffe ein oder mehrere andere Wachse ausgewählt aus der Gruppe bestehend aus

- b) PE-Wachsen,
- PTFE-Wachsen, c)
- PP-Wachsen, d)
- Amidwachsen, 15 e)

10

- FT-Paraffinen, f)
- g) Montanwachsen,
- h) natürliche Wachsen,
- i) makro- und mikrokristallinen Paraffinen,
- 20 polare Polyolefinwachse, oder j)
  - k) Sorbitanestem,
  - l) Polyamide,
  - Polyolefine, m)
  - n) PTFE,
- 25 Netzmittel, 0)
  - p) Silikate

enthalten, zur Verbesserung der Eigenschaften von Lacken.

Verwendung gemäß Anspruch 1, worin Bestandteil a) ein Oxidat eines 30 2. Metallocen-Wachses ist.

WO 01/85855 PCT/EP01/04778

- 3. Verwendung gemäß Anspruch 1 und/oder 2, worin es sich bei Bestandteil a) um ein Homo- oder Copolymerisat des Ethylens oder des Propylens handelt.
- Verwendung gemäß einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 3, worin
   das als Bestandteil a) genannte Wachs eine Schmelzviskosität bei 140°C von 10 bis 10.000 mPas aufweist.
  - 5. Verwendung gemäß einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 4, worin das als Bestandteil a) genannte Wachs eine Dichte von 0,87 bis 1,03 g/cm³ aufweist.

10

15

20 ·

25

- 6. Verwendung gemäß einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 5, worin das als Bestandteil b) genannte Wachs ein nicht mittels Metallocenkatalyse hergestelltes Polyethylenwachs mit zahlenmittlerem Molekulargewicht von 700 bis 10.000 g/mol ist.
- 7. Verwendung gemäß einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 6, worin das als Bestandteil d) genannte Wachs ein nicht mittels Metallocenkatalyse hergestelltes Polypropylenwachs mit zahlenmittlerem Molekulargewicht zwischen 700 und 10.000 g/mol ist.
- 8. Verwendung gemäß einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 7, worin das als Bestandteil j) genannte Wachs ein durch Oxidation oder Pfropfung mit Maleinsäureanhydrid modifiziertes Polyethylen oder Polypropylenwachs ist.
- 9. Verwendung von micronisierten Wachsen wie in einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 8 definiert.
- 10. Lacke, umfassend Wachsmischungen gemäß einem oder mehreren der30 Ansprüche 1 bis 9.

## INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No PCT/EP 01/04778

A. CLASSI IPC 7	FICATION OF SUBJECT MATTER C09D7/12 //C08L91/06				
According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC					
B. RELDS	SEARCHED				
Minimum do IPC 7	cumentation searched (classification system followed by classification CO9D CO8L	on symbols)			
	ion searched other than minimum documentation to the extent that s				
Electronic d	ata base consulted during the international search (name of data base	se and, where practical, search terms used)			
EPO-In	ternal, WPI Data				
C. DOCUME	ENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT				
Category •	Citation of document, with indication, where appropriate, of the rel	evant passages	Relevant to chaim No.		
A	EP 0 890 619 A (CLARIANT GMBH) 13 January 1999 (1999-01-13) cited in the application claims		1,9,10		
<b>A</b>	EP 0 890 584 A (CLARIANT 6MBH) 13 January 1999 (1999-01-13) abstract		1,10		
Furt	ner documents are listed in the continuation of box C.	Patent family members are listed i	n annex.		
*Special categories of cited documents:  "I tater document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the					
"E" earlier o	document but published on or after the international	invention "X" document of particular relevance; the cl			
filing date  1. document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another clation or other special reason (as specified)  cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone "Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the					
*O* document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed to the document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed to the document member of the same patent family					
Date of the actual completion of the International search  Date of mailing of the International search report					
1	1 September 2001	25/09/2001			
Name and r	Name and mailing address of the ISA  European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2  Authorized officer				
Nt 2280 HV Riswift Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nt, Fax: (+31-70) 340-3016		Girard, Y			

## INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International Application No PCT/EP 01/04778

Patent document cited in search report		Publication date		Patent family member(s)	Publication date
EP 0890619	A	13-01-1999	DE JP US	19810891 A 11071545 A 6080902 A	14-01-1999 16-03-1999 27-06-2000
EP 0890584	A	13-01-1999	DE JP US	19729833 A 11100413 A 6143846 A	14-01-1999 13-04-1999 07-11-2000